

FABRIC OF ALIPHATIC POLYESTER FIBER EXCELLENT IN DEVELOPMENT OF BLACK COLOR

Patent number: JP2001271250
Publication date: 2001-10-02
Inventor: ARANISHI YOSHITAKA; HANDA NOBUYOSHI; MAEDA YUHEI
Applicant: TORAY INDUSTRIES
Classification:
- international: *D01F6/62; D03D15/00; D04B1/16; D04B21/00; D06P3/54; D01F6/62; D03D15/00; D04B1/14; D04B21/00; D06P3/34; (IPC1-7): D01F6/62; D03D15/00; D04B1/16; D04B21/00; D06P3/54*
- european:
Application number: JP20000077720 20000321
Priority number(s): JP20000077720 20000321

Report a data error here

Abstract of JP2001271250

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a fabric of polyester fiber, especially suitable for black formal suits and dresses, student's wear, and Japanese clothes, because of having excellently profound black color never obtained in the past. **SOLUTION:** This fabric of aliphatic polyester fiber is obtained by using partially or wholly the aliphatic polyester fiber of which the polymer has a refractive index of 1.30-1.50 and which is dyed with a disperse dye, wherein the fabric has a lightness value (L*) of ≤ 18 and a chroma value (C*) of ≤ 10 .

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-271250
(P2001-271250A)

(43) 公開日 平成13年10月2日 (2001.10.2)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
D 0 3 D 15/00		D 0 3 D 15/00	A 4 H 0 5 7
D 0 4 B 1/16		D 0 4 B 1/16	4 L 0 0 2
21/00		21/00	B 4 L 0 3 5
D 0 6 P 3/54		D 0 6 P 3/54	Z 4 L 0 4 8
// D 0 1 F 6/62	3 0 5	D 0 1 F 6/62	3 0 5 Z
審査請求 有 請求項の数11 O L (全 14 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-77720 (P2000-77720)

(22) 出願日 平成12年3月21日 (2000.3.21)

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 荒西 義高

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島
工場内

(72) 発明者 半田 信義

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島
工場内

(72) 発明者 前田 裕平

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島
工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 黒発色性に優れた脂肪族ポリエステル繊維構造物

(57) 【要約】

【課題】従来得られなかった、黒色の深色性に優れるためブラックフォーマル、学衣、和服用途に特に好適なポリエステル繊維構造物を創出すること。

【解決手段】ポリマーの屈折率が1.30~1.50であり、分散染料によって染色された脂肪族ポリエステル繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物であって、明度L*値が18以下、彩度C*値が10以下であることを特徴とする脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】ポリマーの屈折率が1.30～1.50であり、分散染料によって染色された脂肪族ポリエステル繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物であって、明度L*値が18以下、彩度C*値が10以下であることを特徴とする脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項2】繊維構造物が布帛であり、エルメンドルフ引裂強力計を用いて測定される該布帛の引裂強力が490cN以上であることを特徴とする請求項1記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項3】脂肪族ポリエステルがL-乳酸及び／又はD-乳酸を主たる繰返し単位とするポリエステルであ

$$F_1 = \{ \text{経糸密度 (本/cm)} \times (\text{経糸の織度 (d tex)})^{0.5} \} + \{ \text{緯糸密度 (本/cm)} \times (\text{緯糸の織度 (d tex)})^{0.5} \} \quad \dots (式1)$$

【請求項6】繊維構造物が編物であり、下記式2で規定される編地カバーファクター F_2 が、2～60であるこ

$$F_2 = \{ \text{織度 (d tex)}^{0.5} \} / \{ \text{ループ長 (cm)} \} \quad \dots (式2)$$

【請求項7】明度L*値が12以下であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項8】明度L*値が8以下であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項9】繊維構造物のKES (Kawabata Evaluation System) による曲げ剛性測定値Bが0.01～0.1 (g・cm²/cm)であることを特徴とする請求項1～8のいずれか1項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項10】ポリマーの屈折率が1.30～1.50である脂肪族ポリエステル繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物を、黒色分散染料により染料濃度5～30%owf、染色温度110～130℃で染色することを特徴とするポリエステル繊維構造物の製造方法。

【請求項11】脂肪族ポリエステル繊維のカルボキシル基末端濃度[COOH]が0～20eq/tであることを特徴とする請求項10に記載のポリエステル繊維構造物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は脂肪族ポリエステルから構成された黒色染料によって染色されてなる繊維構造物に関する。さらに詳しくは、黒発色の深色性に優れるため、ブラックフォーマル、学衣、和服用途に特に好適な脂肪族ポリエステル繊維構造物に関する。

【0002】

【従来の技術】ポリエチレンテレフタレートを代表とする芳香族ポリエステル繊維は、強度、耐熱性、耐薬品性、ウォッシュアンドウェア性など各種の特性に優れるため、衣料用繊維として広く用いられている。

【0003】しかし、芳香族ポリエステルは分子鎖内に

ることを特徴とする請求項1または2に記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項4】脂肪族ポリエステル繊維の強度が3～8cN/dtex、沸騰水収縮率が0～15%、カルボキシル基末端濃度[COOH]が0～20eq/tであることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の脂肪族ポリエステル繊維。

【請求項5】繊維構造物が織物であり、下記式1で規定される織物カバーファクター F_1 が300～2000であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

とを特徴とする請求項1～4のいずれか1項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

芳香環を有するためにポリマーの屈折率が高く、発色性の観点からは不十分な特性の繊維構造物しか得られなかった。特に黒発色に関する深色性に劣っているため、ブラックフォーマル、学衣、和服など黒発色の深色性が要求とされる分野においては、発色性を向上させるべく種々検討が行われている。

【0004】芳香族ポリエステル繊維の黒発色性を向上させる方法としては、微細シリカを含有させたポリマーを繊維化した後、繊維のアルカリ処理を行うことによって繊維表面を粗面化する方法や、糸加工によって単繊維間に空隙を設け、光の散逸を防止する方法が知られている。しかし、これらの方法によっても、ポリマー基質の屈折率が高いことに変わりがないため、黒色の深色性を得ることは困難であり、L*値が18以下、あるいは12以下、さらには8以下といった黒発色性を得るためには、特殊な繊維あるいは糸使いを行う必要があつて、汎用性に欠ける問題があつた。

【0005】また、繊維布帛の表面にフッ素系あるいはシリコン系の樹脂加工を行うことによって黒色の深色性を発現する方法も知られている。この方法によれば確かにL*値が低下し、発色性は良好となるが、布帛表面に存在する樹脂層に起因して、布帛が粗硬なものとなり、また場合によってはぬめり感を生じることがあつた。

【0006】天然繊維や化学繊維の中には、芳香族ポリエステルとは異なり、レーヨンやアセテートなど黒発色性に優れた繊維は存在している。しかし、これらの繊維は強度が弱いために布帛の強力が低いこと、洗濯後にしわになりやすくウォッシュアンドウェア性がないこと、また熱や水の作用によって収縮しやすく取り扱い性に劣ることなどの欠点を有しており、衣料用繊維構造物としては必ずしも望ましいものではなかった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、上記

の問題点を克服し、黒発色性、布帛触感および引裂強力に優れた繊維構造物を、汎用的に提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記の課題は、ポリマーの屈折率が1.30～1.50であり分散染料によって染色された脂肪族ポリエステル繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物であって、明度L*値が18以下、彩度C*値が10以下であることを特徴とする黒発色性に優れた脂肪族ポリエステル繊維構造物によって解決される。

【0009】この繊維構造物は、エルメンドルフ引裂強力計を用いて測定される布帛の引裂強力が490cN以上であることが、布帛の耐久性、取り扱い性の観点から重要であり、脂肪族ポリエステル繊維の強度は3～8cN/dtex、沸騰水収縮率が0～15%、カルボキシル基末端濃度[COOH]が0～20eq/tであることが望ましい。

【0010】脂肪族ポリエステルとしては、L-乳酸及び／又はD-乳酸を主たる繰返し単位とするポリエステルを好適に用いることができる。

【0011】繊維構造物は織物であっても編物であってもよいが、繊維構造物が織物である場合にはカバーファクターF₁が300～2000であることが、また、繊維構造物が編物である場合は、編地カバーファクターF₂が2～60であることがよい。

【0012】また、染色されてなる繊維構造物のL*値は12以下であることが好ましく、8以下であることがより好ましい。このように低いL*値とするためには、繊維中の染料の濃度が5～20wt%であることが好ましい。

【0013】繊維構造物のKES (Kawabata Evaluation System) による曲げ剛性測定値Bが0.01～0.1 (g・cm²/cm) であることが、布帛触感の観点からは好ましく採用される。

【0014】また、本発明の繊維構造物の製造方法は、脂肪族ポリエステル繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物を、黒色染料濃度5～30%owf、染色温度110～130℃で染色することの特徴とするものである。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明の繊維構造物は、脂肪族ポリエステル繊維を主体に構成されており、その脂肪族ポリエステルは、屈折率が1.30～1.50であるものである。屈折率が1.50よりも高いと繊維表面における反射光が多くなるため、黒発色性に劣るものしか得られない。屈折率は好ましくは1.30～1.45である。

【0016】ここでいう屈折率は、自然光を採光できる室内に設置され恒温水の循環等の手段により23℃に調節された、プリズムを備えたアッペ屈折計により、J I

S-K7105記載の方法に準拠して測定される値を意味している。

【0017】屈折率が1.30～1.50である脂肪族ポリエステルとしては、ポリ乳酸、ポリグリコール酸、ポリ-3-ヒドロキシプロピオネート、ポリ-3-ヒドロキシブチレート、ポリ-3-ヒドロキシブチレートバリレートなどのポリオキシ酸類、脂肪族ジカルボン酸と脂肪族ジオールの重縮合物類、ポリピバロラクトンなどの脂肪族環状エステルを開環重合して得られるポリエステル類、およびこれらのブレンド物、変性物等を例示することができるが、これらに限定されるものではない。

【0018】なかでも、高融点、高耐熱性の観点から望ましいポリマーとしては、L-乳酸及び／又はD-乳酸を主たる繰返し単位とするポリエステルであるポリ乳酸を挙げることができる。ポリ乳酸の製造方法には、L-乳酸及び／又はD-乳酸を原料として一旦環状二量体であるラクチドを生成せしめ、その後開環重合を行う二段階のラクチド法と、L-乳酸及び／又はD-乳酸を原料として溶媒中で直接脱水縮合を行う一段階の直接重合法が知られている。本発明で用いるポリ乳酸はいずれの製法によって得られたものであってもよい。

【0019】ポリ乳酸の平均分子量は、通常少なくとも5万、好ましくは少なくとも10万、好ましくは10～30万である。平均分子量が5万よりも低い場合には繊維の強度物性が低下するため好ましくない。30万を超える場合には溶融粘度が高くなりすぎ、溶融紡糸が困難になる場合がある。

【0020】また、本発明におけるポリ乳酸は、L-乳酸、D-乳酸の他にエステル形成能を有するその他の成分を共重合した共重合ポリ乳酸であってもよい。共重合可能な成分としては、グリコール酸、3-ヒドロキシ酪酸、4-ヒドロキシ酪酸、4-ヒドロキシ吉草酸、6-ヒドロキシカプロン酸などのヒドロキシカルボン酸類の他、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール等の分子内に複数の水酸基を含有する化合物類またはそれらの誘導体、アジピン酸、セバシン酸、フマル酸等の分子内に複数のカルボン酸基を含有する化合物類またはそれらの誘導体が挙げられる。ただし、繊維強度を損なわないため、繊維の70モル%以上が乳酸単位からなることが望ましい。

【0021】また、溶融粘度を低減させるため、ポリカプロラクトン、ポリブチレンサクシネート、ポリエチレンサクシネートのような脂肪族ポリエステルポリマーや、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリ(エチレン-プロピレン)グリコール共重合体などの脂肪族ポリエーテルポリマーを内部可塑剤として、あるいは外部可塑剤として用いることができる。さらには、艶消し剤、消臭剤、難燃剤、糸摩擦低減剤、抗

酸化剤、着色顔料等として無機微粒子や有機化合物を必要に応じて添加することができる。

【0022】また、本発明における脂肪族ポリエステル繊維は繊維の強度が $3 \sim 8 \text{ cN/dtex}$ 以上であり、沸騰水収縮率が $0 \sim 15\%$ であることが好ましい。強度が 3 cN/dtex 未満の場合には製織時の糸切れ停台の原因となったり、織物、編地の引裂強度および破裂強度の低下による製品強度の低下を招くため好ましくない。繊維の強度は、より好ましくは 4 cN/dtex 以上であり、さらに好ましくは 5 cN/dtex 以上である。 8 cN/dtex 以上の強度を有する繊維を得るためには、延伸倍率を高くとる必要があり、この場合繊維の伸度が著しく低くなるため、製造が困難となることがある。

【0023】また沸騰水収縮率は $0 \sim 15\%$ であることが望ましい。 15% より大きいと、精練、染色など熱水処理を行った場合の収縮が大きくなり、布帛の幅出しが困難となり、風合いも硬化する傾向にあるため好ましくない。通常の布帛として用いる場合には、沸騰水収縮率は $2 \sim 10\%$ 、さらに好ましくは $3 \sim 8\%$ となっていることがよい。

【0024】また、本発明における脂肪族ポリエステルのカルボキシル基末端濃度 $[\text{COOH}]$ は $0 \sim 20 \text{ eq/t}$ であることが望ましい。カルボキシル基末端濃度 $[\text{COOH}]$ が 20 eq/t よりも多い場合には、染色加工時に生じる加水分解の度合いが大きく、染色条件によっては布帛の引裂強度の著しい低下を招くことがある。特に、濃色に染色するため染色温度を高くした場合に加水分解は顕著であるため、布帛の強度保持の観点からは、脂肪族ポリエステルのカルボキシル基末端濃度 $[\text{COOH}]$ は、好ましくは 10 eq/t 以下、最も好ましくは 6 eq/t 以下である。カルボキシル基末端濃度 $[\text{COOH}]$ は少なければ少ないほど好ましい。ここでカルボキシル基末端濃度 $[\text{COOH}]$ とは実施例中に記載の方法によって測定した値を指す。

【0025】このような低いカルボキシル基末端基量の脂肪族ポリエステルは、脂肪族ポリエステルの溶融状態でカルボキシル基と反応性を有する化合物、例えばカルボジイミド化合物、エポキシ化合物、オキサゾリン化合物、オキサジン化合物、アジリジン化合物、ジオール化合物、長鎖アルコール化合物などの末端封鎖剤を適量反応させることで得ることができるが、脂肪族ポリエステルの高重合度化、残存低分子量物の抑制などの観点から、ポリマーの重合反応終了後に末端封鎖剤を添加・反応させることが好ましい。上記した末端封鎖剤と脂肪族ポリエステルの混合・反応としては、例えば、重縮合反応終了直後の溶融状態の脂肪族ポリエステルの末端封鎖剤を添加し攪拌・反応させる方法、脂肪族ポリエステルのチップに末端封鎖剤を添加・混合した後に反応缶あるいはエクストルーダなどで混練・反応させる方法、エ

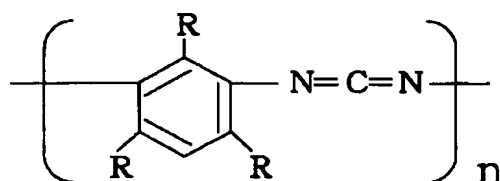
クストルーダで脂肪族ポリエステルに液状の末端封鎖剤を連続的に添加し、混練・反応させる方法、末端封鎖剤を高濃度含有させた脂肪族ポリエステルのマスターチップと脂肪族ポリエステルのホモチップとを混合したブレンドチップをエクストルーダなどで混練・反応させる方法などにより行うことができる。また、末端封鎖剤を用いず、ポリマーの重縮合反応を低温でおこなう等、ポリマーの重合時における熱分解を抑制する方法によってもよい。

【0026】本発明に用いることのできる末端封鎖剤のうちカルボジイミド化合物の例としては、例えば、 N 、 N' -ジ- α -トリイリルカルボジイミド、 N 、 N' -ジフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジオクチルデシルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2, 6-ジメチルフェニルカルボジイミド、 N -トリイリル- N' -シクロヘキシルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2, 6-ジイソプロピルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2, 6-ジ-tert-ブチルフェニルカルボジイミド、 N -トリイリル- N' -フェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-p-ニトロフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-p-アミノフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-p-ヒドロキシフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-シクロヘキシルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-p-トリイリルカルボジイミド、p-フェニレン-ビス-ジ- α -トリイリルカルボジイミド、p-フェニレン-ビス-ジシクロヘキシルカルボジイミド、ヘキサメチレン-ビス-ジシクロヘキシルカルボジイミド、エチレン-ビス-ジフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ベンジルカルボジイミド、 N -オクタデシル- N' -フェニルカルボジイミド、 N -ベンジル- N' -フェニルカルボジイミド、 N -オクタデシル- N' -トリイリルカルボジイミド、 N -シクロヘキシル- N' -トリイリルカルボジイミド、 N -フェニル- N' -トリイリルカルボジイミド、 N -ベンジル- N' -トリイリルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ- α -エチルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-p-エチルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ- α -イソプロピルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-p-イソプロピルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ- α -イソブチルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-p-イソブチルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2, 6-ジエチルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2-エチル-6-イソプロピルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2-イソブチル-6-イソプロピルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2, 4, 6-トリメチルフェニルカルボジイミド、 N 、 N' -ジ-2, 4, 6-トリイソプロピルフェニルカルボジイミド、下記一般式(1)で示される芳香族ポリカルボジイミドなどが挙げられる。

【0027】

【化1】

【化1】



・・・ 一般式(1)

【0028】(式中のRは水素原子または炭素数1～4のアルキル基を表し、nは2～20の整数を表す)さらには、これらのカルボジイミド化合物の中から1種または2種以上の化合物を任意に選択して脂肪族ポリエステルカルボキシル末端を封鎖すればよいが、反応性の点でN,N'-ジ-2,6-ジイソプロピルフェニルカルボジイミドが好ましい。

【0029】本発明に用いることのできる末端封鎖剤のうちエポキシ化合物の例としては、例えば、N-グリシジルフタルイミド、N-グリシジル-4-メチルフタルイミド、N-グリシジル-4,5-ジメチルフタルイミド、N-グリシジル-3-メチルフタルイミド、N-グリシジル-3,6-ジメチルフタルイミド、N-グリシジル-4-エトキシフタルイミド、N-グリシジル-4-クロルフタルイミド、N-グリシジル-4,5-ジクロルフタルイミド、N-グリシジル-3,4,5,6-テトラブロムフタルイミド、N-グリシジル-4-n-ブチル-5-ブロムフタルイミド、N-グリシジルサクシンイミド、N-グリシジルヘキサヒドロフタルイミド、N-グリシジル-1,2,3,6-テトラヒドロフタルイミド、N-グリシジлмаレインイミド、N-グリシジル-α,β-ジメチルサクシンイミド、N-グリシジル-α-エチルサクシンイミド、N-グリシジル-α-プロピルサクシンイミド、N-グリシジルベンズアミド、N-グリシジル-p-メチルベンズアミド、N-グリシジルナフトアミド、N-グリシジルステラミド、N-メチル-4,5-エポキシシクロヘキサ-1,2-ジカルボン酸イミド、N-エチル-4,5-エポキシシクロヘキサ-1,2-ジカルボン酸イミド、N-フェニル-4,5-エポキシシクロヘキサ-1,2-ジカルボン酸イミド、N-ナフチル-4,5-エポキシシクロヘキサ-1,2-ジカルボン酸イミド、N-トリル-3-メチル-4,5-エポキシシクロヘキサ-1,2-ジカルボン酸イミド、オルソフェニルフェニルグリシジルエーテル、2-メチルオクチルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、3-(2-キセニルオキシ)-1,2-エポキシプロパン、アリルグリシジルエーテル、ブチルグリシジルエーテル、ラウリルグリ

シジルエーテル、ベンジルグリシジルエーテル、シクロヘキシルグリシジルエーテル、α-クレシルグリシジルエーテル、p-t-ブチルフェニルグリシジルエーテル、メタクリル酸グリシジルエーテル、エチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、スチレンオキサイド、オクチレンオキサイド、ヒドヘキサヒドロフタル酸ジグリシジルエステル、フタル酸ジメチルジグリシジルエステル、フロキノンジグリシジルエーテル、レゾルシンジグリシジルエーテル、1,6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、水添ビスフェノールA-ジグリシジルエーテルなどが挙げられ、さらには、テレフタル酸ジグリシジルエステル、テトラヒドロフタル酸ジグリシジルエステル、フェニレンジグリシジルエーテル、エチレンジグリシジルエーテル、トリメチレンジグリシジルエーテル、テトラメチレンジグリシジルエーテル、ヘキサメチレンジグリシジルエーテル、エポキシ化大豆油などが挙げられる。これらのエポキシ化合物の中から1種または2種以上の化合物を任意に選択して脂肪族ポリエステルのカルボキシル末端を封鎖すればよいが、反応性の点でエチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、フェニルグリシジルエーテル、オルソフェニルフェニルグリシジルエーテル、p-t-ブチルフェニルグリシジルエーテル、N-グリシジルフタルイミド、ヒドロキノンジグリシジルエーテル、レゾルシンジグリシジルエーテル、1,6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、水添ビスフェノールA-ジグリシジルエーテルなどが好ましい。

【0030】本発明に用いることのできる末端封鎖剤のうちオキサゾリン化合物の例としては、例えば、2-メトキシ-2-オキサゾリン、2-エトキシ-2-オキサゾリン、2-プロポキシ-2-オキサゾリン、2-ブトキシ-2-オキサゾリン、2-ペンチルオキシ-2-オキサゾリン、2-ヘキシルオキシ-2-オキサゾリン、2-ヘプチルオキシ-2-オキサゾリン、2-オクチルオキシ-2-オキサゾリン、2-ノニルオキシ-2-オキサゾリン、2-デシルオキシ-2-オキサゾリン、2-シクロペンチルオキシ-2-オキサゾリン、2-シクロヘキシルオキシ-2-オキサゾリン、2-アリルオキ

シ-2-オキサゾリン、2-メタアリルオキシ-2-オキサゾリン、2-クロチルオキシ-2-オキサゾリン、2-フェノキシ-2-オキサゾリン、2-クレジル-2-オキサゾリン、2-*o*-エチルフェノキシ-2-オキサゾリン、2-*o*-プロピルフェノキシ-2-オキサゾリン、2-*o*-フェニルフェノキシ-2-オキサゾリン、2-*m*-エチルフェノキシ-2-オキサゾリン、2-*m*-プロピルフェノキシ-2-オキサゾリン、2-*p*-フェニルフェノキシ-2-オキサゾリン、2-メチル-2-オキサゾリン、2-エチル-2-オキサゾリン、2-プロピル-2-オキサゾリン、2-ブチル-2-オキサゾリン、2-ペンチル-2-オキサゾリン、2-ヘキシル-2-オキサゾリン、2-ヘプチル-2-オキサゾリン、2-オクチル-2-オキサゾリン、2-ノニル-2-オキサゾリン、2-デシル-2-オキサゾリン、2-シクロペンチル-2-オキサゾリン、2-シクロヘキシル-2-オキサゾリン、2-アリル-2-オキサゾリン、2-メタアリル-2-オキサゾリン、2-クロチル-2-オキサゾリン、2-フェニル-2-オキサゾリン、2-*o*-エチルフェニル-2-オキサゾリン、2-*o*-プロピルフェニル-2-オキサゾリン、2-*o*-フェニルフェニル-2-オキサゾリン、2-*m*-エチルフェニル-2-オキサゾリン、2-*m*-プロピルフェニル-2-オキサゾリン、2-*p*-フェニルフェニル-2-オキサゾリンなどが挙げられ、さらには、2, 2'-ビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-メチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4, 4'-ジメチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-エチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4, 4'-ジエチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-プロピル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-ブチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-ヘキシル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-フェニル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-シクロヘキシル-2-オキサゾリン)、2, 2'-ビス(4-ベンジル-2-オキサゾリン)、2, 2'-*p*-フェニレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-*m*-フェニレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-*o*-フェニレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-*p*-フェニレンビス(4-メチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-*p*-フェニレンビス(4, 4'-ジメチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-*m*-フェニレンビス(4-メチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-*m*-フェニレンビス(4, 4'-ジメチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-エチレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-テトラメチレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-ヘキサメチレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-オクタメチレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-デカメチレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-エチレンビス(4-メチル-2-オキサゾリ

ン)、2, 2'-テトラメチレンビス(4, 4'-ジメチル-2-オキサゾリン)、2, 2'-9, 9'-ジフェノキタンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-シクロヘキシレンビス(2-オキサゾリン)、2, 2'-ジフェニレンビス(2-オキサゾリン)などが挙げられる。これらのオキサゾリン化合物の中から1種または2種以上の化合物を任意に選択して脂肪族ポリエステルのカルボキシル末端を封鎖すればよい。

【0031】本発明に用いることのできる末端封鎖剤のうちオキサジン化合物の例としては、例えば、2-メトキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-エトキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-プロポキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-ブトキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-ペンチルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-ヘキシルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-ヘプチルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-オクチルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-ノニルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-デシルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-シクロペンチルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-シクロヘキシルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-アリルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-メタアリルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン、2-クロチルオキシ-5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジンなどが挙げられ、さらには、2, 2'-ビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-メチレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-エチレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-プロピレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-ブチレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-ヘキサメチレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-*p*-フェニレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-*m*-フェニレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-*o*-フェニレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)、2, 2'-ナフチレンビス(5, 6-ジヒドロ-4H-1, 3-オキサジン)などが挙げられる。これらのオキサジン化合物の中から1種または2種以上の化合物を任意に選択して脂肪族ポリエステルのカルボキシル末端を封鎖すればよい。

【0032】本発明に用いることのできる末端封鎖剤のうちアジリジン化合物の例としては、例えば、モノ、ビ

スあるいはポリイソシアネート化合物とエチレンイミンとの付加反応物などが挙げられる。

【0033】本発明に用いることのできる末端封鎖剤のうち、ジオール化合物の例としては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、テトラメチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリ（エチレン-プロピレン）グリコール、ポリ（エチレン-ブチレン）グリコール、ビスフェノールA、ビスフェノールS、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1, 4-シクロヘキサジメタノールなどが挙げられる。

【0034】本発明に用いることのできる末端封鎖剤のうち、長鎖アルコール化合物としては、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、ペンタノール、ノナノール、デカノール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、乳酸メチル、乳酸エチル、乳酸ブチルなどがあげられる。また、グリセロール、ソルビトール、キシリトール、リビトール、エリスチトールなどの多価アルコールを用いてもよい。

【0035】また、本発明に用いることのできる末端封鎖剤として上述した化合物のうち、2種以上の化合物を末端封鎖剤として併用することもできる。

【0036】また、本発明の脂肪族ポリエステルは融点は100～300℃であることが望ましい。融点が100℃よりも低い場合には、単系間の融着の発生による延伸性不良や、染色加工時、熱セット時、摩擦加熱時に溶融欠点が生じるなど、製品の品位が著しく低いものとなるため、衣料用途に用いるには好ましくない。好ましくは脂肪族ポリエステルの融点は150℃以上であり、さらに好ましくは融点が165℃以上である。融点が300℃より高いポリマーは溶融成形が困難であるため、望ましくない。ここで融点とはDSC測定によって得られた溶融ピークのピーク温度を意味する。

【0037】本発明の脂肪族ポリエステル繊維は、丸断面あるいは扁平、三～八葉、C型、H型、中空などの異形断面であってもよいし、少なくとも1成分、好ましくは2成分以上が脂肪族ポリエステルからなる芯鞘型、偏心芯鞘型、サイドバイサイド型、割繊維分割型など、あるいは海島型などの1成分を溶出するタイプの複合繊維であってもよい。また、通常のフラットヤーン以外に、仮撚加工系、強撚系、タスラン加工系、太細系、混織系等のフィラメントヤーンであってもよく、ステープルファイバーやトウ、あるいは紡績系などの各種形態の繊維であってもよい。

【0038】本発明の繊維構造物は、前述した本発明の脂肪族ポリエステル繊維が単独または他の繊維と混用されてなり、かつ染色を施した繊維構造物であって、縫い糸や刺繍糸、ひも類などの糸形態でもよく、織物、編物、不織布、フェルト等の布帛形態、あるいはコート、

セーター、その他の外衣、下着、パンス、靴下、裏地、芯地、スポーツ衣料などの衣料用製品、カーテン、カーペット、椅子貼り、カバン、家具貼り、壁材、各種のベルトやスリング等の生活資材用製品、帆布、ネット、ロープ、重布等の産業資材用製品、人工皮革製品など、各種の繊維製品形態を含む。

【0039】本発明の脂肪族ポリエステル繊維構造体は、本発明の脂肪族ポリエステル繊維を単独で使用してもよく、また他の繊維と混用することもできる。混用する場合でも、脂肪族ポリエステル繊維の高い黒発色性を生かす利用方法とすることが好ましい。布帛として混用する場合には、例えば本発明の脂肪族ポリエステル繊維の混用比率を重量比で30%以上とすることが好ましく、50%以上とすることがより好ましく、混用する他の繊維は適正な染料により脂肪族ポリエステル繊維と同様に黒色に染色して使用することが好ましい。他の繊維としては特に制限はないが、綿、麻などのセルロース繊維、ウール、絹、レーヨン、アセテート、テンセル、あるいはポリエステル、ナイロン、アクリル、ビニロン、ポリオレフィン、ポリウレタン等の繊維が挙げられる。

【0040】混用の態様としては、他の繊維からなる繊維構造物との各種組み合わせのほか、他の繊維との混織系、複合仮撚系、混紡系、長短複合系、流体加工系、カバリングヤーン、合撚、交織、交編、パイル織編物、混綿詰め綿、長繊維や短繊維の混合不織布、フェルトが例示される。

【0041】本発明の繊維構造物は、 L^* 値が18以下、 C^* 値が10以下となるように分散染料によって染色されてなる。 L^* 値は、 $L^*a^*b^*$ 系の色表示における明度であり、その値が小さいほど明度が低い、すなわち黒色の発色が深いことを意味する。また、 C^* 値は $(a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$ で定義される彩度を意味しており、その値が小さいほど無彩色で黒らしい黒に見える。本発明においては、黒発色性の点から L^* 値は18以下であることが重要である。 L^* 値は好ましくは12以下であり、さらに好ましくは8以下であり、最も好ましくは6以下である。また、 C^* 値についても黒発色性の点から、10以下であることが重要である。

【0042】また、繊維構造物が布帛である場合に、該布帛はエルメンドルフ強力計で測定した引き裂き強力が490cN以上であることが重要である。引裂強力が490cNに満たない場合には、衣服の耐久性に問題を生じることがある。引裂強力はより好ましくは700cN以上である。

【0043】さらに、本発明の繊維構造物は、織物であっても編物であってもよいが、織物の場合には、下記式1で規定される織物カバーファクター F_1 が300～2000であることが望ましい。

【0044】

$$F_1 = \{ \text{経糸密度 (本/cm)} \times (\text{経糸の織度 (d t e x)})^{0.5} \} + \{ \text{緯糸密度 (本/cm)} \times (\text{緯糸の織度 (d t e x)})^{0.5} \} \quad \dots (式 1)$$

カバーファクター F_1 が300以上の場合には、単位面積あたりの繊維の存在率が高く、優れた黒発色が得られる。また、2000以下の場合には、風合いが硬くならず衣料用途に適したものになる。カバーファクター F_1 は、より好ましくは500~1500、最も好ましくは

$$F_2 = \{ \text{織度 (d t e x)}^{0.5} \} / \{ \text{ループ長 (cm)} \} \quad \dots (式 2)$$

カバーファクター F_2 が2以上の場合には、単位面積あたりの繊維の存在率が高く、優れた黒発色が得られる。また、60以下の場合には、風合いが硬くならず衣料用途に適したものとなる。カバーファクター F_2 は、より好ましくは5~50、最も好ましくは10~40である。

【0047】本発明の黒色染料によって染色されてなる繊維構造物は、繊維構造物のKES (Kawabata Evaluation System) による曲げ剛性測定値Bが0.01~0.1 (g・cm²/cm) であることが望ましい。曲げ剛性測定値Bは、繊維機械学会誌、vol. 26, No. 10, p. 721-728に記載されているように、KESの曲げ特性測定器(カトーテック製)を用いて繊維構造物を曲げた時の、各曲率での反発力を表している。具体的には、タテ方向、ヨコ方向ともに測定した時の、曲率0.5から1.5の間での反発力の平均値である。曲げ剛性測定値Bが高ければ、繊維布帛が堅くなりすぎ、布帛触感の観点からは好ましくない。逆に曲げ剛性Bの値が小さすぎる場合には、繊維構造物の形態維持性が悪くなるため好ましくない。曲げ剛性Bの好適な範囲は0.01~0.1であり、より好ましくは0.02~0.08である。

【0048】本発明の繊維構造物を得るためには、ポリマーの屈折率が1.30~1.50である脂肪族ポリエステル繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物を、黒色分散染料により染料濃度5~30%owf、染色温度110~130℃で染色する染色方法を採用する。また、染色後の強力を保持する目的から脂肪族ポリエステル繊維のカルボキシル基末端濃度[COOH]は0~20eq/tであることが好ましい。

【0049】本発明における黒色染料とは、本発明の脂肪族ポリエステル繊維を染色した際に、彩度(C*値)が10以下となる染料を意味する。すなわち、C*値が10以下である限り、たとえば有彩色染料を1種または2種以上含む染料であってもよい。

【0050】染料濃度が5%owfに満たない場合には、L*値が18以下といった深い黒色の発色が得られない。染料濃度を高くしても、濃染化の効果はある一定の所で飽和するので、経済的な観点から30%owf以下とすることがよい。また、染色温度が110℃に満たない場合には、染料の繊維中への拡散が不十分であるため、L*値で18以下といった深い黒色の発色が得られ

ない。高い染色性の観点から染色温度は好ましくは115~130℃、最も好ましくは120~130℃である。130℃を越えると、カルボキシル末端濃度[COOH]を20eq/tとしても、染色加工時の繊維の強力低下を防ぐことはできない。

【0045】繊維構造物が編物である場合には、下記式2で規定される編地カバーファクター F_2 が、2~60であることが望ましい。

【0046】

【0051】特に、染料吸尽率を高くするために染色温度を高くした場合に加水分解は顕著であるため、布帛の強力保持の観点からは、脂肪族ポリエステル繊維のカルボキシル基末端濃度[COOH]は好ましくは10eq/t以下、最も好ましくは6eq/t以下とする。

【0052】染色加工前に、50℃~100℃の弱アルカリ条件下での精練および/または50~100℃のアルカリ条件下での減量加工を、必要に応じて実施することができる。また、染色加工後に、弱アルカリ条件、還元剤存在下で還元洗浄を行うことも、必要に応じて実施できる。さらに、発色性向上やその他の機能付与のために公知の樹脂コーティングを実施しても良い。

【0053】

【実施例】以下、実施例によって本発明をより詳細に説明する。なお、実施例中の各特性値は次の方法で求めた。

A. 融点

パーキンエルマー社製の示差走査熱量計(DSC-7)を用いて、昇温速度15℃/分の条件で測定し、得られた溶融ピークのピーク温度を融点とした。

B. カルボキシル基末端濃度[COOH] (eq/t)
精秤した試料をオークレゾール(水分5%)調製液に溶解し、この溶液にジクロロメタンを適量添加の後、0.02規定のKOHメタノール溶液にて滴定することにより測定した。

C. 屈折率

ポリマーの熱圧フィルムを試料として、23℃に調節された、プリズムを備えたアッペル屈折計により、JIS-K7105記載の方法に準拠して測定した。

D. 強度

オリエンテック社製引張試験機(テンシロンUCT-100型)を用い、試料長20cm、引張速度20cm/分の条件で引張試験を行い破断点の応力を繊維の強度とした。

E. L*a*b*値

染色した布帛を試料とし、ミノルタ社製分光測色機CM-3700dを用いて、D65光源、視野角度10度の

条件で、 L^* 、 a^* 、 b^* を測定した。

F. 曲げ剛性B

KES (Kawabata Evaluation System) 測定器を用いて曲げ特性を測定し、曲げ剛性のタテ、ヨコの平均値B (単位: $g \cdot cm^2 / cm$) を算出した。

G. 引裂強力

ダイエイ科学製機 (株) のエルメンドルフ引裂強力計を用いて、縦10cm×横6.5cmの試験片をセットし、試験機のカッターハンドルを引いて2cmの切れ目を入れた。落下ボタンを押して扇形振り子を落下させ、試験片の残り4.5cmを引き裂き、この時の強力を読みとった。試験はタテ方向とヨコ方向を各3回繰り返して、平均値をもって布帛の引裂強力 (cN) とした。

H. 繊維中の染料濃度の定量

染色に用いる染色前の染浴を、水:アセトン=1:1の混合溶媒で10倍に希釈した溶液を調製し、日立製作所 (株) 製U-3010形分光光度計を用いて500~700nm領域の吸光度測定を行って、最大ピークを与える波長 (nm) と、そのときの吸光度LA (Abs) を求めた。同様に染色を行った後の染色後の染浴を、水:アセトン=1:1の混合溶媒で10倍に希釈した溶液を調製し、先に求めた最大ピーク波長における、吸光度LB (abs) を求め、下式によって繊維中の染料濃度を算出した。

$$【0054】 \text{繊維中の染料濃度 (wt\%)} = \{ (LA - LB) / LA \} \times \text{浴中の染料濃度 (\%owf)}$$

参考例1. 低カルボキシル基末端濃度ポリマーの調製
融点168℃、重量平均分子量12万、カルボキシル基末端濃度[COOH] 26.6eq/tであるポリL乳酸ポリマー100重量部に対して1.7重量部のN,N'-ジ-2,6-ジイソプロピルフェニルカルボジイミドを、2軸エクストルーダーを用いて、スクリュ部温度200℃、平均滞留時間2分間の条件で均一に混練・反応させた。エクストルーダーから押し出したガットを水冷し、チップ状に成形した。得られたポリマーの屈

染色条件	染色温度	120℃
	染色時間	60分
	染料	Dianix Black BG-FS
	染料濃度	10%owf
	浴比	1:50
	浴pH	4.5

実施例2

実施例1と同様にして得た延伸糸 (84dtex-36f) を用いて、サテン織物 (5枚朱子) を作成した。該織物を下記の条件に調整された染浴にて、120℃×1hr染色を行い、実施例1と同様に還元洗浄を行った。得られた染色布帛は、タテ糸密度79本/cm、ヨコ糸密度39本/cmであり、カバーファクターF₁は1081であった。

折率は1.43、融点は166℃、カルボキシル基末端濃度[COOH]は5eq/tであった。

実施例1

参考例1で得られた、屈折率1.43、融点166℃、カルボキシル基末端濃度[COOH] 5eq/tのポリL乳酸ポリマーのチップを、105℃に設定した真空乾燥器で12hr乾燥した。乾燥したチップをプレッシャーメルター型紡糸機にて、メルター温度210℃にて溶融し、紡糸温度220℃で、0.23D-0.30Lの口金孔より紡出した。この紡出糸を20℃、25m/minのチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、3000m/minで引き取って未延伸糸 (122dtex-36f) を得た。

【0055】この未延伸糸をホットローラー系の延伸機を用い、延伸温度90℃、熱セット温度120℃、延伸倍率1.45倍、延伸速度800m/minの条件で延伸して84dtex-36fの延伸糸を得た。得られた延伸糸の強度は、4.2cN/dtex、沸騰水収縮率は6.2%であり、布帛の取り扱い上問題を生じなかった。

【0056】該延伸糸を用いてツイル織物 (2/2) を作成し、80℃×20分間精練を行った後、150℃×2分間乾熱セットを施した。該織物を下記の条件に調整された染浴にて、120℃×1hr染色を行い、続いてカセイソーダ0.5g/l、ハイドロサルファイト0.2g/lを溶解させた水溶液を用いて60℃×20分間還元洗浄を行った。得られた染色布帛は、タテ糸密度が40本/cm、ヨコ糸密度が40本/cmであり、カバーファクターF₁は733であった。

【0057】表1に示すように、繊維中の染料濃度は8.1wt%、 L^* 値は12.2と十分低い値であり、 C^* 値は1.2であって、黒発色性に優れていた。また、引裂強力は930cNと耐久性に優れたものであった。曲げ剛性Bは0.05 $g \cdot cm^2 / cm$ であり、柔らかなタッチであった。

【0058】

【0059】表1に示すように繊維中の染料濃度は10.2wt%、布帛の L^* 値は5.8であり、 C^* 値は0.8であって、黒発色性に極めて優れていた。また、引き裂き強力は800cNであり、耐久性にも優れたものであった。曲げ剛性Bは、0.04 $g \cdot cm^2 / cm$ であり、柔らかなタッチであった。

【0060】

染色条件	染色温度	120℃
	染色時間	60分
	染料	Dianix Black BG-FS
	染料濃度	15%owf
	浴比	1:50
	浴pH	4.5

実施例3

実施例1と同様にして得た延伸糸(84dtex-36f)を用いて、24ゲージの緯編機を用いてインターロック編地を作成した。下記の条件に調整された染浴にて、130℃×1hr染色を行い、続いて60℃×20分間還元洗浄を行った。得られた染色編地のカバーファクターF₂は38であった。

染色条件	染色温度	130℃
	染色時間	60分
	染料	Dianix Black BG-FS
	染料濃度	15%owf
	浴比	1:50
	浴pH	4.5

実施例4

実施例1と同様にして得た延伸糸(84dtex-36f)を用いて、パイル織物(ペロア)を作成した。実施例1と同様に120℃×1hr染色を行い、続いて60℃×20分間還元洗浄を行った。カバーファクターF₁は850であった。

【0063】表1に示すように繊維中の染料濃度は7.8wt%、布帛のL*値は5.4であり、C*値は0.8であって、黒発色性に極めて優れていた。また、引き裂き強力は1200cNであり、耐久性にも優れたものであった。曲げ剛性Bは、0.06g・cm²/cmであり、柔らかなタッチであった。

実施例5

屈折率1.43、融点168℃、カルボキシル基末端濃度[COOH]25eq/tのポリL乳酸ポリマーのチップを用いる他は実施例1と同様にして、84dtex-36fの延伸糸を得た。延伸糸の強度は4.1cN/dtexであり、沸収は6.5%であった。この延伸糸を用いてツイル織物を作成し、実施例1と同様に120℃×1hr染色を行い、続いて60℃×20分間還元洗浄を行った。得られた染色布帛は、タテ糸密度が40本/cm、ヨコ糸密度が40本/cmであり、カバーファクターF₁は733であった。

【0064】表1に示すように染料濃度は8.0wt%、布帛のL*値は12.5であり、C*値は1.0であって、黒発色性に優れていたが、引裂強力は510gとかなり低下していた。曲げ剛性Bは0.04g・cm²/cmであり、柔らかなタッチであった。

比較例1

融点が262℃、屈折率が1.58、カルボキシル基末端濃度[COOH]が28(eq/t)のポリエチレン

【0061】表1に示すように繊維中の染料濃度は12.1wt%、布帛のL*値は6.3であり、C*値は0.9であって、黒発色性に極めて優れていた。また、引き裂き強力は1810cNであり、耐久性にも優れたものであった。曲げ剛性Bは、0.02g・cm²/cmであり、柔らかなタッチであった。

【0062】

テレフタレートチップを、160℃に設定した真空乾燥機で5hr乾燥した。乾燥したチップをプレッシャーメルター型紡糸機にて、メルター温度280℃にて溶解し、紡糸温度290℃で、0.23D-0.30Lの口金孔より紡出した。この紡出糸を20℃、25m/minのチムニー風によって冷却し、油剤を付与して収束した後、3000m/minで引き取って未延伸糸(150dtex-36f)を得た。

【0065】この未延伸糸をホットローラー系の延伸機を用い、延伸温度90℃、熱セット温度130℃、延伸倍率1.80倍、延伸速度800m/minの条件で延伸して84dtex-36fの延伸糸を得た。得られた延伸糸の強度は、5.0cN/dtex、沸騰水収縮率は6.8%であり、布帛の取り扱い上問題を生じなかった。

【0066】該延伸糸を用いてツイル織物(2/2)を作成し、80℃×20分間精練を行った後、180℃×2分間乾熱セットを施した。該織物を下記の条件に調整された染浴にて、130℃×1hr染色を行い、続いてカセイソーダ0.5g/l、ハイドロサルファイト0.2g/lを溶解させた水溶液を用いて80℃×20分間還元洗浄を行った。得られた染色布帛は、タテ糸密度が40本/cm、ヨコ糸密度が40本/cmであり、カバーファクターF₁は1091であった。

【0067】表2に示すように、繊維中の染料濃度は18.2wt%で、L*値は20.0と高い値であり、C*値が2.5であって、黒発色の深色性に劣るものであった。曲げ剛性Bは0.08g・cm²/cmであり、実施例に比較して粗硬なタッチであった。引き裂き強力は1500cNであった。

【0068】

染色条件 染色温度 130℃
 染色時間 60分
 染料 Dianix Black BG-FS
 染料濃度 20%owf
 浴比 1:50
 浴pH 4.5

比較例2

染液の組成を下記の通りとする以外は、実施例1と同様に染色加工を行った。表2に示す通り、繊維中の染料濃

度は1.0wt%であり、布帛のL*値は24.2、C*値は2.0と深色性に劣るものであった。

【0069】

染色条件 染色温度 100℃
 染色時間 60分
 染料 Dianix Black BG-FS
 染料濃度 1%owf
 浴比 1:50
 浴pH 4.5

比較例3

実施例1と同様にして得た延伸糸(84dtex-36f)を用いて、経緯密度の粗いタフタ織物を作成した。該織物を実施例1と同様に120℃×1hr染色を行い、続いて60分×20分の還元洗浄を行った。得られた染色布帛は、タテ糸密度15本/cm、ヨコ糸密度が15本/cmであり、カバーファクターF₁は275であった。

【0070】表2に示すように、繊維中の染料濃度は8.8wt%であったが、L*値は20.2と高い値であり、C*値は1.8で、黒発色の深色性に劣るものであった。また、引裂強力は220cNと低いものであり、耐久性に難があった。

染色条件 染色温度 120℃
 染色時間 60分
 染料 Dianix Black BG-FS
 染料濃度 10%owf
 浴比 1:50
 浴pH 4.5

【0073】

比較例4

実施例1と同様にして得た延伸糸(84dtex-36f)を用いて、8ゲージの緯編機を用いて天竺を作成した。下記の条件に調製された染浴にて、120℃×1hr染色を行い、続いて60℃×20分間還元洗浄を行った。得られた染色編地のカバーファクターF₂は1.8であった。

【0071】表2に示すように、繊維中の染料濃度は6.5wt%であったが、L*値は26.2と高い値であり、C*値は3.2で、黒発色の深色性に劣るものであった。また、引裂強力は320cNと低いものであり、耐久性に難があった。

【0072】

【表1】

表 1

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
ポリマ	ポリマー名	ポリL乳酸	ポリL乳酸	ポリL乳酸	ポリL乳酸	ポリL乳酸
	屈折率	1.43	1.43	1.43	1.43	1.43
	[COOH] (eq/t)	5	5	5	5	25
布	組織名 カバーファクター	ツイル F ₁ = 733	サテン F ₁ = 1091	スモース F ₁ = 33	バイル織物 F ₁ = 230	ツイル F ₁ = 733
	引張強力 (cN)	930	890	1810	1290	510
	L*値	12.2	5.8	6.3	5.4	12.5
	C*値	1.2	0.8	0.9	0.8	1.0
	染料濃度 (wt %)	8.1	10.2	12.1	7.8	8.0
	B (g-cm ³ /cm)	0.05	0.04	0.02	0.06	0.04

【0074】

【表2】

表 2

		比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
ポリマ	ポリマー名	PET	ポリL乳酸	ポリL乳酸	ポリL乳酸
	屈折率	1.58	1.43	1.43	1.43
	[COOH] (eq/t)	28	5	5	5
布	組織名 カバーファクター	ツイル F ₁ = 1091	ツイル F ₁ = 733	タフタ F ₁ = 275	天竺 F ₁ = 1.8
	引張強力 (cN)	1500	530	220	320
	L*値	20.0	24.2	20.2	26.2
	C*値	2.5	1.0	1.8	3.2
	染料濃度 (wt %)	18.2	1.0	8.8	1.2
	B (g-cm ³ /cm)	0.08	0.05	0.01	0.005

【0075】

【発明の効果】本発明によって、従来得られなかった黒色の深色性に優れる繊維構造物を得ることができる。ま

た、風合いにも優れるため、ブラックフォーマル、学衣、和服用途に好適である。

【手続補正書】

【提出日】平成13年2月28日（2001. 2. 28）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】ポリマーの屈折率が1.30～1.50であり、分散染料によって染色された脂肪族ポリエステル

繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物であって、明度 L^* 値が 18 以下、彩度 C^* 値が 10 以下であることを特徴とする脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項 2】繊維構造物が布帛であり、エルメンドルフ引裂強力計を用いて測定される該布帛の引裂強力が 490 cN 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項 3】脂肪族ポリエステルが L-乳酸及び／又は D-乳酸を主たる繰返し単位とするポリエステルであることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の脂肪族ポ

$$F_1 = \{ \text{経糸密度 (本/cm)} \times (\text{経糸の織度 (d tex)})^{0.5} \} + \{ \text{緯糸密度 (本/cm)} \times (\text{緯糸の織度 (d tex)})^{0.5} \} \quad \dots (式 1)$$

【請求項 6】繊維構造物が編物であり、下記式 2 で規定される編地カバーファクター F_2 が、2～60 であるこ

$$F_2 = \{ \text{織度 (d tex)}^{0.5} \} / \{ \text{ループ長 (cm)} \} \quad \dots (式 2)$$

【請求項 7】明度 L^* 値が 12 以下であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれか 1 項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項 8】明度 L^* 値が 8 以下であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれか 1 項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項 9】繊維構造物の KES (Kawabata Evaluation System) による曲げ剛性測定値 B が 0.01～0.1 ($\text{g} \cdot \text{cm}^2 / \text{cm}$) であることを特徴とする請求項 1～8 のいずれか 1 項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項 10】ポリマーの屈折率が 1.30～1.50 である脂肪族ポリエステル繊維を少なくとも一部に用いた繊維構造物を、黒色分散染料により染料濃度 5～30 %owf、染色温度 110～130℃で染色することを特徴とするポリエステル繊維構造物の製造方法。

【請求項 11】脂肪族ポリエステル繊維のカルボキシル基末端濃度 $[\text{COOH}]$ が 0～20 eq/t であることを特徴とする請求項 10 に記載のポリエステル繊維構造物の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】芳香族ポリエステル繊維の黒発色性を向上させる方法としては、微細シリカを含有させたポリマーを繊維化した後、繊維のアルカリ処理を行うことによって繊維表面を粗面化する方法や、糸加工によって単繊維間に空隙を設け、光の散逸を防止する方法が知られている。しかし、これらの方法によっても、ポリマー基質の屈折率が高いことにより変わりがないため、黒色の深色性を得ることは困難であり、 L^* 値が 18 以下、あるいは 1

リエステル繊維構造物。

【請求項 4】脂肪族ポリエステル繊維の強度が 3～8 cN/dtex、沸騰水収縮率が 0～15%、カルボキシル基末端濃度 $[\text{COOH}]$ が 0～20 eq/t であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

【請求項 5】繊維構造物が織物であり、下記式 1 で規定される織物カバーファクター F_1 が 300～2000 であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

とを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 項記載の脂肪族ポリエステル繊維構造物。

2 以下、さらには 8 以下といった黒発色性を得るためには、特殊な繊維あるいは糸使用を行う必要があつて、汎用性に欠ける問題があつた。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正内容】

【0006】天然繊維や化学繊維の中には、芳香族ポリエステルとは異なり、レーヨンやアセテートなど黒発色性に優れた繊維は存在している。しかし、これらの繊維は強度が弱いために布帛の強力が低いこと、洗濯後にしわになりやすくウォッシュアンドウェア性がないこと、また熱や水的作用によって収縮しやすく取り扱い性に劣ることなどの欠点を有しており、衣料用繊維構造物としては必ずしも望ましいものではなかった。脂肪族ポリエステル繊維を染色する方法に関しては、特開平 8-311781 号公報に提案が見られる。しかしこれは脂肪族ポリエステル繊維の劣化を抑制するために温和な条件で行う染色方法に関するものであり、本発明の目的である L^* 値が 18 以下といった深い黒発色性を得ることはできなかった。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

【補正内容】

【0042】また、繊維構造物が布帛である場合に、該布帛はエルメンドルフ強力計で測定した引き裂き強力が 490 cN 以上であることが重要である。引き裂き強力が 490 cN に満たない場合には、衣服の耐久性に問題を生じることがある。引き裂き力はより好ましくは 700 cN 以上であり、最も好ましくは 1000 cN 以上である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4H057 AA01 BA08 DA01 DA17 DA31
EA01
4L002 AA07 AB02 AC02 AC06 DA04
EA00 FA01
4L035 BB33 BB56 BB59 BB77 BB89
BB91 EE01 EE07 EE08 EE20
FF10 HH10
4L048 AA20 AA42 AA48 AA50 AB07
AC07 BA01 BA23 CA01 CA15
DA02